

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

Zveřejněná podle §31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2018-247

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

D01D 5/06 (2006.01)
D04H 1/728 (2012.01)
D01D 5/12 (2006.01)
D01D 5/26 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **28.05.2018**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **11.12.2019**
(Věstník č. 50/2019)

(71) Přihlašovatel:
Contipro a.s., Dolní Dobrouč, CZ

(72) Původce:
Ing. Marek Pokorný, Ph.D., Čenkovice, CZ
Ing. Adéla Kotzianová, Ph.D., Opava, Kateřinky, CZ
Mgr. Jan Klemeš, Moravská Třebová, Předměstí, CZ
Ing. Kateřina Knotková, Ph.D., Choceň, CZ
Martin Fogl, Letohrad, CZ
doc. RNDr. Vladimír Velebný, CSc., Žamberk, CZ

(74) Zástupce:
KANIA, SEDLÁK, SMOLA Patentová a
známková kancelář, Ing. Veronika Zemanová,
Mendlovo náměstí 907/1a, 603 00 Brno, Staré Brno

mikrovlákněné vrstvy se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností se vyrábí zvlákňováním kapaliny (3) v elektrostatickém poli, přičemž při povrchu zvlákňované kapaliny se pohybuje těleso (2) za účelem destabilizace pozic míst vzniku vláken (4).



(54) Název přihlášky vynálezu:
Zařízení a způsob výroby nano- a/nebo mikrovlákněných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností

(57) Anotace:
Zařízení pro výrobu nano- a/nebo mikrovlákněných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností zvlákňováním kapaliny (3) obsahuje sběrnou elektrodu (6), zvlákňovací trysku (1) pro výdej zvlákňované kapaliny (3), sestavu pro vedení sběrné elektrody (6) a/nebo podkladového pásu (5) podél sběrné elektrody (6) tak, že v oblasti, ke které je přivrácen výstupní otvor (10) zvlákňovací trysky (1) se sběrná elektroda (6) a/nebo podkladový pás (5) pohybuje ve směru (MD) s odstupem od výstupního otvoru (10) zvlákňovací trysky (1), přívod pro vytváření napětí o velikosti 10 až 150 kV mezi sběrnou elektrodou (6) a zvlákňovací tryskou (1) a alespoň jedno těleso (2), které se pohybuje za účelem destabilizace pozic míst vzniku vláken (4) na povrchu kapaliny při výstupním otvoru (10) zvlákňovací trysky (1). Nano- a/nebo

Zařízení a způsob výroby nano- a/nebo mikrovláknenných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností

5 Oblast techniky

Vynález se týká zařízení a způsobu výroby vrstev s nano a/nebo mikrovláknennou strukturou pomocí metody elektrostatického zvlákňování, přičemž výrobní zařízení a technologie jsou upraveny za účelem dosažení zvýšené tloušťkové rovnoměrnosti vláknenných vrstev, respektive
10 kvality materiálů touto metodou připravovaných.

Dosavadní stav

15 Metoda elektrostatického zvlákňování je celosvětově rozšířenou metodou pro tvorbu nano a/nebo mikrostrukturovaných vláknenných materiálů na bázi přírodních a syntetických polymerů, a to z několika důvodů. Mezi ty hlavní patří vysoká míra uzpůsobení koncového zařízení pro výrobu konkrétních materiálů, značná jedinečnost a nezastupitelnost metody z pohledu produkovaných
20 výsledných struktur, a i také to, že tato metoda není omezena pouze na maloproduktivní laboratorní měřítko, tzn. značný potenciál je ve scale-up takových zařízení pracujících na základě této metody.

Mezi hlavní kvalitativní charakteristiky produkovaných vrstev patří celkové rozměry materiálu, plošná hmotnost, průměry vláken, porozita, tloušťka, chemické vlastnosti polymerů a jejich
25 zastoupení apod. S komerčním využitím takových materiálů roste v posledních letech důraz na kvalitu jejich produkce. Odchylky ve výše uvedených veličinách se projeví v nehomogenitě parametrů žádaných danou aplikací, neboť v různých místech vrstvy jsou detekovány různé mechanické vlastnosti, různé filtrační schopnosti, různý obsah aditiv atd. Pro zajištění vysoké kvality vrstev musí být hodnoty jednotlivých veličin v úzkých tolerancích, v libovolném místě
30 vrstvy, resp. vláknenného materiálu, nebo výsledného produktu. Rozhodujícím parametrem ovlivňující funkční /aplikační vlastnosti vrstvy je právě její tloušťka. Přitom stejná tloušťka vrstvy v celé vyráběné ploše materiálu je kritickým a technologicky velmi obtížně dosažitelným parametrem; a to je jednou ze základních nevýhod metody elektrostatického zvlákňování. Tento vynález řeší právě tloušťkovou rovnoměrnost nano a/nebo mikrovláknenných materiálů
35 vyráběných metodou elektrostatického zvlákňování.

Při vlastní produkci nových materiálů se roztok, nejčastěji polymeru, ale i jiných materiálů, přenáší elektrostatickými silami z jedné elektrody na druhou za velmi rychlého a intenzivního odpařování rozpouštědla, resp. systému rozpouštědel. Přenos roztoku mezi dvěma elektrodami
40 utvářející silné elektrostatické pole je v tomto prostoru rozptýlený a náhodný. To vede zejména k neřízenému ukládání jednotlivých vláken na sběrnou elektrodu, náhodné distribuci a nerovnoměrnosti vrstvy ve své tloušťce v produkované ploše. To platí i pro vrstvy, které jsou vytvářeny v procesu elektro sprejování, kde mikrostruktura vrstvy není vláknitá ale částicová nebo práškovitá.

45 Při elektrostatickém zvlákňování prochází roztok za současného intenzivního odpařování rozpouštědel mimo jiné tzv. chaotickou fází, kdy paprsek tuhnucího roztoku opisuje velmi komplikovanou a do značné míry náhodnou trajektorii, předtím, než ve formě tuhého vlákna s průměrem desítek nanometrů až desítek mikrometrů neřízeně dopadá na sběrnou elektrodu, tj. na
50 kolektor. Míra neuspořádanosti letu tvořícího se vlákna z polymerního roztoku je jedním z projevů výsledné vrstvy, resp. její kvality, tj. jejím rozložením na ploše sběrné elektrody nebo podkladovém materiálu. Utvářená vrstva nano nebo mikrovláken na kolektoru nebo na podkladovém materiálu má pak v různých místech její plochy různou tloušťku, která se mění i při opakování dané depozice za stejných podmínek.

55

Samotných příčin vzniku nehomogenit v procesu elektrostatického zvlákňování je však více. Mezi ty hlavní vlivy se řadí intenzita, tvar a uspořádání siločar elektrostatického pole, celková geometrie a uspořádání hlavních elektrod definující rozložení elektrostatické pole, parametry podkladového materiálu (resp. jeho homogenita, porozita, mechanické vlastnosti, dielektrické vlastnosti atd.), kvalita vypnutí podkladového materiálu, vliv již nanesené vrstvy deformující toto pole atd. Produkce nehomogenní vrstvy mohou být dále způsobeny parametry roztoku (především jeho vodivost, viskozita, rozpouštědlový systém atd.), rozložením proudění vzduchu uvnitř depoziční komory (příčemž se může jednat o proudění aditivní, klimatizační nebo elektrostatický vítr), teplotní fluktuací, plynulostí dávkování polymerního roztoku atd.

Po ukončení depozice lze získat vláknenné vrstvy ve dvou využitelných formách, a to a) na vodivé sběrné elektrodě (kolektoru) je vytvořena dostatečně silná samonosná vrstva nano nebo mikrovláken, která má takové mechanické vlastnosti dovolující oddělení této vrstvy z povrchu vodivé elektrody nebo dovolující její přenesení na jinou podložku nebo obalový materiál a to bez sebemenšího poškození; nebo b) mezi obě elektrody, nejčastěji blíže ke kolektoru nebo v kontaktu s ním, se vloží podkladový materiál, na jehož povrch se nanáší vláknenná vrstva, přičemž následná manipulace probíhá s podporou podkladového materiálu, tzn. zde nejsou takové nároky na mechanické vlastnosti výsledné vláknenné vrstvy jako v prvním případě. Manipulace s vláknennou vrstvou je pak zjednodušená, a navíc vhodně vybraný podkladový materiál může sloužit jako pevná součást výsledného produktu obsahujícího nano a/nebo mikrovláknennou vrstvu. Oba tyto přístupy mají své výhody i omezení a výrobně se jeví lépe kontinuální a nepřerušovaná výroba (postup b), pro kterou nejsou vhodné postupy popsané v bodě a). Přitom kontinuální výrobou je míněn proces nanášení nanovláken na podkladový materiál, který se odvíjí z role na roli (tzv. „roll-to-roll“ technika).

Každý princip zvlákňovacích elektrod má své limity, které omezují rychlost produkce (PS , kg/h) nanovláken a také daného technologického zařízení. Tím pádem je také limitována rychlost posuvu podkladového materiálu (SS , m/s) pro dosažení požadované plošné hmotnosti (AW , kg/m²) v dané šíři materiálu (MW , m). Čím je produkce vláken rychlejší (ovšem do svého limitu), tím rychleji lze odvíjet podkladový materiál. Závislost lze zapsat:

$$AW = \frac{PS}{SS \cdot MW} \quad (1)$$

Zároveň musí být vždy splněna následující podmínka:

$$PS \geq AW \cdot SS \cdot MW \quad (2)$$

Vyjdeme-li z předpokladu, že zařízení (nebo též zvlákňovací trysky) dokáže vyprodukovat 100 gramů nano nebo mikrostrukturované vrstvy za 1 hodinu a zároveň je požadováno vytvořit na substrátu o šíři 1 metr nános o plošné hmotnosti 1 g/m², pak rychlost odvíjeného substrátu podle podmínky (2) nemůže být vyšší než 100 m/hod. Přitom je nutné podotknout, že pro vlákna malých průměrů v okolí 100 nm, je uvedená předpokládaná produkce výrazně nadhodnocená a plošná hmotnost vrstvy velmi nízká. Nicméně tento příklad ukazuje, jaké krajní rychlosti odvíjeného substrátu v metodě elektrostatického zvlákňování jsou při použití techniky „roll-to-roll“ uvažovány.

Přitom, jak je uvedeno v řešení tohoto vynálezu, rychlost odvíjení podkladového materiálu je kritickým parametrem pro dosažení zvýšené rovnoměrnosti tloušťky nanášené vrstvy. Bude tedy snahou tuto veličinu zvýšit na nadkritickou úroveň, což nemusí být ve všech procesech možné z důvodů vysoké požadované plošné hmotnosti a nedostatečné rychlosti produkce vláken.

Technologie „roll-to-roll“ může být ve výsledku z tohoto pohledu nevýhodná, respektive produkující vrstvy v nízké kvalitě, tj. tloušťkově nehomogenní.

5 Další nevýhodou přístupu popsaného v bodě b) je vkládání podkladového materiálu mezi hlavní elektrody, kde probíhá proces elektrostatického zvlákňování. Vložením podkladového materiálu vždy dochází k narušení elektrostatického pole a samotného procesu zvlákňování, který se stává méně produktivní vlivem utlumení elektrostatického pole a také méně stabilním. Volba použitého podkladového materiálu musí splňovat kritéria pro technologickou výrobu elektrostatickým zvlákňováním a zároveň kritéria pro konkrétní aplikace, pro kterou je výsledný kompozitní materiál, tj. nano a/nebo mikrovláknenná vrstva s podkladovým materiálem, případně i dalšími vrstvami, určen. Snahou a cílem vývoje je technologie produkující žádané nano nebo mikrovláknenné vrstvy v dostatečné kvalitě, a to na podkladový materiál libovolných vlastností, tj. produkční technologie přímo nezávislá na parametrech podkladového materiálu z pohledu kvality nanášených vrstev a rychlosti produkce.

15 Pro ladění technologie je vhodné rozlišovat homogenitu pro dva směry, tj. v příčném směru (anglicky „Cross Direction“, zkratka *CD*) a směr přístrojový (anglicky „Machine Direction“, zkratka *MD*). Směrem *MD* je určen hlavním směrem celé technologické linky, ve kterém se pohybuje podkladový substrát. Podle našich měření vrstev získaných z různých zařízení výsledné vláknenné vrstvy mají v celé ploše běžně rozdíly v tloušťce s odchylkami v rozsahu 10 až 40 %, v některých případech i vyšší, a to v *CD* nebo *MD* směru. Tyto hodnoty jsou však pro řadu aplikací nepřijatelné. Aby takové vláknenné vrstvy mohly být průmyslově využitelné v aplikacích, jako jsou například filtrace vzduchu, filtrace kapalin, v lékařství, kosmetice atd. je nutné zdokonalit technologii depozice nano a/nebo mikrovláknenných vrstev a dosahovat díky ní výrazného zlepšení tloušťkové homogenity vrstev. A to nejen z důvodu výše popsaných, ale i z důvodu využití takových vrstev jako součást kompozitních materiálů nebo nosičů dalších aktivních látek, přičemž plošná rovnoměrná distribuce aktivních látek musí být zajištěna validovaným výrobním procesem.

30 V zařízeních využívajících metodu elektrostatického zvlákňování určených pro (polo/provozní) výrobu je vždy snahou zvýšit produkci takových zařízení, a to nejčastěji násobením použitých zvlákňovacích elektrod, to znamená použitím elektrod využívající velké počty kapilárních jehel jako trysek, nebo tzv. bezjehlových nebo hladinových trysek. Odpudivé elektrostatické síly působící mezi letícími paprsky tvořícího se vlákna však zvyšují míru neuspořádanosti utvářené vrstvy. Tyto síly se zvětšují při zvýšení intenzity elektrostatického pole (aplikuje se velmi vysoké elektrické napětí, tj. například v rozsahu od 30 000 do 150 000 V), které je nutné ke stabilní produkci vláken. Ve výsledku přítomnost těchto odpudivých sil snižuje kvalitu výsledné vrstvy a zvyšuje odchylky od rovnoměrného plošného rozložení. To znamená, že snaha o docílení vyšší produkce nano a/nebo mikrovláknenných materiálů metodou elektrostatického zvlákňování a volba kontinuálního výrobního procesu na podkladový materiál specifikovaný požadavky konkrétní aplikace často vede k produkci méně kvalitních vrstev s různou tloušťkou detekovanou v různých místech na ploše vyráběné vláknenné vrstvy.

45 Jak vyplývá z výše popsaného, zařízení pro produkci nanovláknenných vrstev se skládá ze zvlákňovací elektrody a sběrného kolektoru (tj. sběrné elektrody). Zvlákňovací elektroda bývá nejčastěji složena z několika (desítek) tenkých jehel nebo pracují na jiném bezjehlovém principu, který zabezpečí elektrické připojení ke vysokého nebo velmi vysokého napětí a dávkování zvlákňovacího roztoku, z něhož se vláknenná vrstva utváří. Sběrné kolektory jsou připojeny k opačnému potenciálu vysokonapěťových zdrojů, v blízkosti takových elektrod se nejčastěji technikou „roll-to-roll“ odvíjejí podkladové materiály šíře několika desítek centimetrů až po jednotky metrů. Zvlákňovací trysky se v některých provedeních pohybují tak, aby deponovaná vlákna pokryla celou plochu odvíjeného podkladového materiálu anebo se také zvýšila rovnoměrnost tloušťky nanášené vrstvy (zejména při použití jehlových zvlákňujících elektrod). Obecně se tloušťkové nehomogenity připravovaných vrstev redukují s pomocí účinků přídavných elektrod, pohybujících se zvlákňovacích trysek (viz US20020084178A1) anebo s pomocí

elektricky izolačních materiálů, které mají za úkol homogenizovat elektrostatické pole mezi zvlákňovací tryskou a kolektorem (viz US20160361270A1). Nevýhodou řešení přídavných elektrod nebo izolačních materiálů je jejich výrazná závislost na konkrétních procesních parametrech, tj. například na parametrech zvlákňovaného materiálu, resp. na jeho elektrické vodivosti. Změna roztokových parametrů velmi výrazně ovlivní intenzitu působení zmiňovaných opatření a k dosažení redukce nehomogenit v připravované vrstvě se nutně musí často složitým způsobem upravit a přizpůsobit konkrétním podmínkám. Taková provedení nepřinášejí obecné a dostatečně robustní řešení, které by nebylo ovlivněno parametry roztoku ani vlastnostmi použitého podkladového materiálu.

Redukce tloušťkových nehomogenit v připravovaných vláknenných vrstvách je možné docílit pohybem zvlákňovacích elektrod. Podíl na snížení nehomogenit může mít i jiné těleso periodicky se pohybující mezi zvlákňovací tryskou a kolektorem, protože každý takový pohyb destabilizuje rozložení elektrostatického pole, které se stává časově proměnné (dynamické) a jeho siločáry potom mohou napomoci zvýšení rovnoměrnosti nanášené vrstvy. Takto dynamicky zaostřované elektrostatické pole může tedy vést k redukci tloušťkových nehomogenit vrstvy. Například řešení popsané ve spise US2011223330A1 obsahuje zakrytovanou nádobu se zvlákňovanou kapalinou, přičemž nad krytem, resp. mezi krytem a sběrnou elektrodou je ve směru CD veden nekonečný řetízek, který je pod krytem veden zvlákňovanou kapalinou. Přestože v tomto provedení může dojít k redukci nehomogenit vlivem destabilizace elektrostatického pole, celkově toto řešení má řadu jiných nevýhod. Mezi ně patří špatná kontrola dávkovaného objemu zvlákňovaného roztoku za jednotku času (nebo při projetí dávkovací nádoby), omezená velikost a objem dávkovaného roztoku velikostí nádoby, zasychání nezvlákněného roztoku na povrchu řetízku, který zde působí jako elektrický izolant a tím snižuje efektivitu vlákennosti i objem nově nanášeného roztoku, požadavek na vysokou přesnost souososti elektrodového drátu a otvoru smáčecího tělíska atd. Navíc, rychlost produkce z takových zvlákňovacích elektrod nemusí být v technice „roll-toroll“ dostatečná pro splnění podmínky uvedené ve vztahu (2).

V současné době používaná poloprovozní nebo výrobní zařízení pro výrobu nano nebo mikrovláknenných vrstev využívají systém s pomalu odvíjeným podkladovým materiálem, na který je nová vláknenná vrstva deponována. V převážné většině aplikací je výhodou využít podkladový materiál s nově nanesenou nano a/nebo mikrostrukturovanou vrstvou přímo pro získání finálního produktu. Proto vhodný podkladový materiál musí splňovat požadavky jak technologické (neomezuující rychlost produkce a kvalitu deponovaných vrstev), tak i aplikační, tj. neomezuující cílové využití nano nebo mikrostrukturovaného materiálu. Mezi technologické parametry, které podkladové materiály musí splňovat, patří: dostatečná šíře a délka podkladového materiálu (např. role), jeho homogenní struktura, dostatečná pevnost, nízká pružnost, nemačkovost, zamýšlená sorpce, hladký, rovný nebo naopak profilovaný povrch, nízká plošná hmotnost (obvykle menší než 30 g/m²), vysoká prodyšnost. Výhodou je i elektrická vodivost.

Aplikační vlastnosti podkladového materiálu závisí na konkrétním použití, např. pro aplikace v kosmetice a lékařství se předpokládají navíc i parametry jako: zdravotní nezávadnost, obecně biologická kompatibilita, podlimitní obsah toxických a alergenních látek a těžkých kovů, ne dráždivý atd. Zejména farmaceutické aplikace vyžadují produkty s materiálem ve vysoké kvalitě, tj. s vysokou homogenitou v odchylkách maximálně 5 až 10 % (stejně tak platí i pro homogenitu příp. obsažených aktivních/léčivých aditiv), které jsou vyráběny validovanými procesy na průmyslových zařízeních. Taková technologie využívající principu elektrostatického zvlákňování podle dostupných informací v současné době neexistuje. Z tohoto výčtu požadavků je zřejmé, že výběr podkladového materiálu pro konkrétní aplikaci bude značně omezen. Aktuálně jsou nejvíce využívány podkladové materiály vyráběné z následujících skupin syntetických a přírodních látek: polyamid, polyester, polypropylen, polyetylen, polyuretan, polyakrylát, viskóza, celulóza, bavlna atd. Přičemž plošné vrstvy podkladových materiálů jsou zpracovávány tkaním nebo pletením, technologiemi netkaných textilií (spunbond nebo meltblown), ve formě perforovaných fólií, papíru atd.

Sjednotit obojí, tedy technologická i aplikační kritéria na podkladový materiál je velmi obtížné, uvážíme-li, že každá aplikace klade specifické požadavky na materiály a jejich funkčnost. Výroba vláknenných vrstev deponovaných na nový (aplikací nebo zákazníkem specifikovaný) substrát vždy vyžaduje zdlouhavé procesy vedoucí k optimalizaci procesních parametrů celé technologie. Tento problém zpomaluje reakce na požadavky zákazníků, vede k produkci méně kvalitních vláknenných materiálů a ohrožuje uvedení aplikací nano a/nebo mikrostrukturovaných materiálů do běžné praxe. Cílem vedeného vývoje je technologie schopná produkce nano nebo mikrovláknenných vrstev stejnou rychlostí a ve stejné výsledné kvalitě bez ohledu na vlastnosti použitého podkladového materiálu.

Úkolem nového vynálezu je nové technické uspořádání a modifikace zařízení provozujícího metodu elektrostatického zvlákňování vedoucí k produkci nano a/nebo mikro vláknenných vrstev s odchylkami v tloušťce pod 5 % na aplikačně využitelné ploše podkladového materiálu, tj. při kontinuální výrobě v šíři alespoň 50 cm, přičemž taková vrstva bude nanesena na podkladový materiál splňující mimo technologická, tak i nutná aplikační kritéria.

Podstata vynálezu

Nedostatky a problémy současných řešení využívajících k tvorbě nano a/nebo mikrostrukturovaných vrstev na podkladových materiálech s řadou technologických i aplikačních požadavků vedoucí k tvorbě nedostatečně kvalitních produktů (zejména v kritickém parametru rovnoměrnosti plošného rozložení) jsou omezeny nebo eliminovány řešením, které pomocí časově a prostorově proměnného elektrického pole (tj. elektrodynamického pole) deponuje materiály se strukturou nano nebo mikrovláken a to se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností, přičemž takové vrstvy na podkladovém materiálu vyhovují aplikačním požadavkům.

Zařízení pro výrobu nano- a/nebo mikrovláknenných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností zvlákňováním kapaliny podle vynálezu tedy obsahuje:

- sběrnou elektrodu,
- zvlákňovací trysku pro výdej zvlákňované kapaliny, přičemž zvlákňovací tryska obsahuje alespoň jeden výstupní otvor, kterým je zvlákňovací tryska přivrácená ke sběrné elektrodě,
- sestavu pro vedení sběrné elektrody a/nebo podkladového pásu podél sběrné elektrody nebo přilehle k ní tak, že v oblasti, ke které je přivrácen výstupní otvor zvlákňovací trysky se sběrná elektroda a/nebo podkladový pás pohybuje ve směru MD s odstupem od výstupního otvoru zvlákňovací trysky,
- přívod pro vytváření napětí o velikosti 10 až 150 kV mezi sběrnou elektrodou a zvlákňovací tryskou,
- alespoň jedno těleso pro destabilizaci pozic míst vzniku vláken na povrchu kapaliny při výstupním otvoru zvlákňovací trysky a
- sestavu pro opakované vedení tělesa podél výstupního otvoru nebo výstupních otvorů zvlákňovací trysky.

Ve výhodném provedení je sběrná elektroda ve formě fólie s povrchovou rezistivitou v rozmezí 0,1 do 100 000 ohmů/čtverec, zejména 10 až 1000 ohmů/čtverec.

S výhodou je sestava pro opakované vedení tělesa podél výstupního otvoru nebo výstupních otvorů zvlákňovací trysky obsahuje pohon a vodící prvek pro vedení dráhy pohybu tělesa rovnoběžně s tou hranou zvlákňovací trysky (1), která obsahuje výstupní otvor nebo výstupní otvory, a to ve vzdálenosti 0 až 50 mm, lépe 0 až 15 mm, nejlépe 0 až 5 mm od této hrany zvlákňovací trysky.

Rovněž je výhodné, když sestava pro vedení podkladového pás a/nebo sběrné elektrody obsahuje pohon, který je uzpůsobený pro vedení podkladového pásu a/nebo sběrné elektrody alespoň v

oblasti, ke které je svým výstupním otvorem nebo výstupními otvory přivrácená zvlákňovací tryska, rychlostí alespoň 18 m/hod., lépe alespoň 50 m/hod., zejména alespoň 60 m/hod.

- 5 Ve zvlášť výhodném, provedení sestava pro opakované vedení tělesa podél výstupního otvoru nebo výstupních otvorů zvlákňovací trysky obsahuje pneumatický pohon tělesa a/nebo obsahuje alespoň jedno optické čidlo pro snímání polohy tělesa v alespoň jedné oblasti jeho pohybu.

Způsob výroby nano a/nebo mikrovlákných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností zvlákňováním kapaliny obsahuje podle vynálezu kroky:

- 10 - připraví se sběrná elektroda a zvlákňovací tryska, která obsahuje alespoň jeden výstupní otvor, který je přivrácený ke sběrné elektrodě, a sestava pro vedení sběrné elektrody a/nebo pro vedení podkladového pásu podél sběrné elektrody nebo přilehle k ní,
 - do zvlákňovací trysky se přivede kapalina ke zvlákňování,
 - mezi zvlákňovací tryskou a sběrnou elektrodou se vytvoří napětí s rozdílem elektrických
 15 potenciálů o velikosti 10 až 150 kV pro vytváření nano- a/nebo mikrovláken,
 přičemž se sběrná elektroda a/nebo podkladový pás vede ve směru s odstupem od výstupního otvoru zvlákňovací trysky, přičemž pro opakované změny pozic míst vzniku vláken na povrchu kapaliny přiváděné do výstupního otvoru nebo výstupních otvorů zvlákňovací trysky se podél výstupního otvoru nebo výstupních otvorů podél povrchu kapaliny opakovaně vede těleso.

20 Těleso se přitom vede podél výstupního otvoru alespoň 1x za 10 sekund, lépe alespoň 1x za 5 sekund.

25 Podkladový pás se vede mezi sběrnou elektrodou a výstupním otvorem trysky s výhodou rychlostí alespoň 18 m/hod, lépe 50 m/hod., nejlépe alespoň 60 m/hod.

30 Kapalina ke zvlákňování přiváděná do zvlákňovací trysky je homogenní nebo heterogenní směs, která obsahuje zvlákňovaný polymer vybraný ze skupiny zahrnující kyselinu hyaluronovou, polyetylén oxid, polyetylén glykol, polyvinyl alkohol, polyvinylpyrrolidon, kolagen, želatina, chitin, chitosan, heparin, inulin, fibrin, fibrinogen, pullulan, lignin, škrob, agar, alginát, dextran, glykogen, beta-glukan, chondroitin sulfát, celulóza, polykaprolakton, polymery a kopolymery kyseliny mléčné a glykolové, polyuretan, polyakrylonitril, nylon, nebo jejich kombinaci.

35 Sběrná elektroda a/nebo podkladový pás tvoří s výhodou nekonečný pás.

Výroba nano a/nebo mikro vlákných materiálů zařízením a způsobem podle vynálezu řeší kvalitativní nedostatky výše zmiňovaných technologií a jimi dosahovaných vlákných vrstev anebo produktů níže pospaným způsobem.

40 Roztok polymeru je dávkován do bezjehlové trysky (resp. systému takových trysek), na jejímž ústí se vytváří volná hladina polymerního roztoku. Tyto bezjehlové trysky přitom představují zvlákňovací elektrody. S výhodou lze použít bezjehlové trysky popsané ve spise CZ304097. Bezjehlová tryska tohoto typu obsahuje alespoň dvojici navzájem přiléhajících desek, z nichž alespoň jedna je na své straně přivrácené k druhé desce opatřená soustavou drážek. Do drážek je
 45 na jejich vstupním konci zaústěný přívod zvlákňovaného roztoku. Výstupní konec drážek je na boční hraně desek, přičemž tato boční (výstupní) hrana desek s výhodou vytváří žlábek, do kterého se případně může roztok rozlévat. Roztok je pak tedy vytlačován skrze otvory v trysce na její výstupní hranu, kde se volně rozlévá a utváří jednotlivé kapky nad ústím otvorů, nebo se kapky slévají do jedné celistvé hladiny procházející v podélném směru trysky. S výhodou je
 50 tryska uspořádána tak, že její výstupní hrana je obrácená směrem nahoru a vytvářená vlákna jsou pak vedena v podstatě svisle nahoru na podkladový pás. Mohou ale existovat i jiné polohy trysek, tedy například vertikálně opačné nebo jinak nakloněné.

V alternativním provedení lze použít šterbinovou trysku, u které je vytvořena podélná šterbina, do které je přiváděn zvlákňovaný roztok. Tato šterbina je otevřená (je svým výstupním podélným otvorem přivrácená) ke sběrné elektrodě.

- 5 A v ještě jiném provedení lze použít trysku ve formě vany, do které je přiváděný zvlákňovaný roztok a která je svým otvorem, tedy svou horní hranou přivrácená ke sběrné elektrodě.

Obecně je hladina v úrovni hrany zvlákňovací trysky, kterou je natočena (která je nejbližší) k protilehlé elektrodě (elektroda sběrná pro nanášenou vrstvu).

10

Při působení sil vysokého elektrostatického pole se na volné hladině zvlákňovaného roztoku (případně na volném povrchu kapek tvořících se na výstupní hraně trysky) utvoří řada Taylorových kuželů, tj. míst, ze kterých dochází k tvorbě vlákna erupcí roztoku směrem k protilehlé sběrné elektrodě. Okrajové pozice (obálku) pohybu letícího a postupně tuhnoucího paprsku tvoří ve zjednodušeném přiblížení rotační kužel. Podstava tohoto myšleného rotačního kužele vytváří plochu, na kterou jsou vlákna nanášena; tloušťka vrstvy od středu k okrajům klesá. Přitom polohy Taylorových kuželů, kde vlákna vznikají na zvlákňovací elektrodě, jsou ustáleny v přibližně stejných pozicích, což vede k tvorbě vrstvy odrážející právě polohy těchto fixovaných Taylorových kuželů. Aby se docílilo rovnoměrné distribuce utvářené vrstvy, musí být zajištěna průběžná změna poloh jednotlivých Taylorových kuželů utvářených na volné hladině roztoku podél celé bezjehlové elektrody. Změna míst vzniku vlákna a neustálá změna polohy osy myšleného rotačního kužele, respektive více kuželů, vede k vybuzení dynamického procesu, jehož následkem je rovnoměrnější pokrytí podkladového materiálu vrstvou vytvářených nano nebo mikrovláken. K vybuzení vhodného dynamického procesu nanášení jsou nutné dva aspekty:

25

K destabilizaci Taylorových kuželů, tj. míst vzniku vlákna na zvlákňovací elektrodě, slouží mechanicky pohyblivé těleso (v řezu kruhové, obdélníkové, čtvercové atd.), vyrobené z elektricky vodivého nebo nevodivého materiálu, které opakovaně přejíždí pod volnou hladinou, po hladině nebo nad volnou hladinou roztoku po celé délce zvlákňovací elektrody tak, aby při jeho průjezdu došlo k destabilizaci polohy postupně každého z Taylorových kuželů.

30

Těleso projíždí nad hladinou zvlákňovaného roztoku ve vzdálenosti maximálně 50 mm, lépe maximálně 20 mm a nejlépe maximálně 5 mm, nebo pod hladinou zvlákňovacího roztoku ve vzdálenosti maximálně 5 mm od hladiny. Například může těleso projíždět nad zvlákňovací elektrodou podél její hrany výstupního otvoru tak, že zasahuje pod hladinu přiváděného zvlákňovaného roztoku nebo k hladině nebo nad hladinu, ale maximálně do vzdálenosti 50 mm. S výhodou těleso projíždí ve směru podélné osy výstupního otvoru tam a zpět, ale může rovněž projíždět tak, že nad výstupním otvorem projíždí pouze v jednom směru a vrací se oblastí mimo výstupní otvor. Je také možné instalovat více než jedno těleso, přičemž tělesa pak projíždějí nad výstupním otvorem / nad hladinou zvlákňovaného roztoku se vzájemným rozstupem. S výhodou těleso v kolmém průmětu na hladinu / kolmém průmětu na výstupní otvor šterbiny nebo vany, případně výstupní žlábk trysky má šířku, která odpovídá alespoň 70 %, lépe alespoň 80 % šířky výstupního otvoru nebo výstupního žlábk.

35

40

- 45 To znamená, že vždy po periodicky se opakujícím průjezdu tělesem dojde na krátký okamžik k zániku Taylorova kužele a opětovnému vytvoření nového anebo k jeho přesunu na jiné místo povrchu roztoku na zvlákňovací elektrodě. Toto se děje opakovaně při každém průjezdu tělesa, a to během celého depozičního procesu. Ve výhodném provedení je zvlákňovací tryska v přístroji umístěna svojí délkou ve směru příčném na směr odvíjeného podkladového materiálu, tj. směr *CD* je rovnoběžný s osou delší strany zvlákňovací elektrody a kolmý ke směru *MD* odvíjeného podkladového materiálu.

50

Protilehlou elektrodu sloužící pro ukládání vrstvy deponovaného materiálu, tedy sběrnou elektrodu, tvoří pevná, hladká, rovinná a elektricky vodivá plocha, která je připojena k opačnému elektrickému potenciálu, než je připojena zvlákňovací tryska. Ve výhodném provedení je tato

55

plocha tvořena podkladovým materiálem se sníženou elektrickou vodivostí v rozsahu povrchových rezistivit od 0,1 do 100 000 ohmů/čtverec, lépe 1 až 10 000 ohmů/čtverec, nejlépe 10 až 1 000 ohmů/čtverec. V kontaktu nebo v těsné blízkosti k této vodivé ploše je upevněn podkladový materiál, na který se deponuje nová vrstva složená z nano a/nebo mikrovláken.

5 Vodivá plocha se ve výhodném řešení pohybuje ve stejném směru a stejnou rychlostí jako podkladový materiál, přičemž rychlost odvíjení je větší než 30 cm/min (18 m/hod.), s lepším výsledkem větší než 100 cm/min (60 m/hod).

Sběrná elektroda je tvořena elektricky vodivým materiálem (povrchovou elektricky vodivou vrstvou, elektricky vodivou fólií apod.) nebo materiálem se sníženou elektrickou vodivostí, na jehož povrchu nebo v těsné blízkosti jeho povrchu je upevněn podkladový materiál, přičemž se oba materiály odvíjí potřebnou rychlostí, a to buď a) spolu z role na roli pomocí odvíjecích a navíjecích válců technikou „roll-to-roll“, nebo b) společně na mechanismu pro rotaci tzv. nekonečného pásu, a nebo c) kombinací obou mechanismů, kdy se podkladový materiál odvíjí z

10 role na roli a vodivý materiál rotuje stejnou rychlostí v podobě nekonečného pásu.

Elektricky vodivou elektrodou, nebo elektrodou se sníženou elektrickou vodivostí je ve výhodném provedení rozuměna fólie s hladkým nesavým povrchem, elektrickou vodivostí v rozsahu povrchových rezistivit 1 až 10 000 ohm/čtverec, s vysokou chemickou odolností a

20 hladkým povrchem. Bez jakéhokoliv teoretického dokazování bylo experimentálně zjištěno, že hladké povrchy se sníženou elektrickou vodivostí přispívají k rovnoměrnosti pokrytí takového povrchu nano nebo mikrovláknami nanášenými metodou elektrostatického zvlákňování.

Zvlákňovanou kapalinou je s výhodou zvlákňovací homogenní nebo heterogenní směs, která obsahuje zvlákňovaný polymer nebo kombinaci polymerů, a případně přídavné látky inkorporované do vytvářených vláknenných vrstev, rozpouštědlový systém a další látky podporující proces zvlákňování. Mezi zvlákňované polymery patří například kyselina

25 hyaluronová, polyetylén oxid, polyetylén glykol, polyvinyl alkohol, polyvinylpyrrolidon, kolagen, želatina, chitin, chitosan, heparin, inulin, fibrin, fibrinogen, pullulan, lignin, škrob, agar,

30 alginát, dextran, glykogen, beta-glukan, chondroitin sulfát, celulóza, polykaprolakton, polymery a kopolymery kyseliny mléčné a glykolové, polyuretan, polyakrylonitril, nylon, další syntetické a přírodní polymery.

Uvedené polymery mohou být v kapalině obsaženy jednotlivě nebo v kombinaci dvou a více

35 polymerů. Polymery mohou být ve své přirozené formě nebo ve formě derivátů.

Zvlákňovaná kapalina může dále obsahovat s vodou mísitelná rozpouštědla, případně i nerozpouštědla pro použité polymery nebo jiné látky, které zlepšují proces zvlákňování (například povrchově aktivní látky, látky zvyšující elektrickou vodivost apod.). Kapalina může

40 dále obsahovat příměsi ze skupin účinných látek, jako jsou antialergika, antibiotika, antimykotika, antineoplastika, antiflogistika, antivirotika, antiglaukomatika, antiseptika nebo diagnostickou látku.

Uvedené postupy dokáží zvýšit tloušťkovou rovnoměrnost deponované nano nebo

45 mikrostrukturované vláknenné vrstvy, a to v celé ploše vrstvy na podkladovém materiálu. Navíc mohou být tyto vrstvy bez zhoršení kvality kladeny samy na sebe s cílem dosáhnout vysoké plošné hmotnosti, která není dosažitelná samotným procesem elektrostatického zvlákňování anebo přeneseny na jiný podkladový materiál, který nemusí splňovat technologická kritéria nutná k výrobě metodou elektrostatického zvlákňování, ale zato je vhodný z pohledu finální aplikace

50 vyráběné vláknenné vrstvy nebo konkrétního produktu. Celý výrobní proces elektrostatického zvlákňování realizovaný tímto způsobem je mnohem univerzálnější, méně rizikový pro dosažení žádaného produktu a pružnější. Výsledkem je pak získání kvalitnějších produktů na bázi nano a/nebo mikrovláknenných vrstev různých materiálů.

55

Objasnění výkresů

Vynález je dále popsán pomocí příkladných provedení a výkresů, kde obrázek 1 uvádí schematické znázornění příkladných uspořádání popsaných v této přihlášce a výsledky získané těmito uspořádáním.

Obrázek 2A představuje schematické znázornění principu destabilizace míst vzniku vlákna ohybem tělesa těsně pod hladinou zvlákňovaného roztoku, obrázek 2B představuje stejné schéma, ale s pohybem tělesa těsně nad hladinou, obrázek 2C představuje schéma šterbinové zvlákňovací trysky s pohyblivým tělesem.

Obrázek 3 schematicky znázorňuje zvlákňovací trysku se soustavou výstupních otvorů.

Obrázek 4 schematicky znázorňuje pohled na příkladné provedení zařízení podle vynálezu od sběrné elektrody.

Obrázek 4 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 1.

Obrázek 5 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 1.

Obrázek 6 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 2.

Obrázek 7 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 3.

Obrázek 8 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 4.

Obrázek 9 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 5.

Obrázek 10 je v protisvětle pořízená fotografie vrstvy, která byla vytvořena procesem uvedeným v příkladu 6.

Příklady uskutečnění vynálezu

Na obr. 1 jsou znázorněny ve sloupci A) zvlákňování z trysky 1 na neodvíjený podkladový pás 5, ve sloupci B) zvlákňování z trysky 1 na podkladový pás 5 odvíjený nadkritickou rychlostí (což v podstatě odpovídá příkladu 2), ve sloupci C) zvlákňování z trysky 1 s integrací pohyblivého tělesa 2 a pomalu odvíjeného podkladového pásu 5 pod kritickou rychlostí (což odpovídá příkladu 3), a ve sloupci D) zvlákňování z trysky 1 s integrací pohyblivého tělesa 2 a rychle odvíjeného podkladového pásu 5 nadkritickou rychlostí (což odpovídá příkladu 4). Přitom v horní řadě jsou uváděny dosažené hmotnostní profily podél příčného směru CD, v prostřední řadě jsou naznačeny možné tvary obrazců vzniklých na ploše podkladového materiálu, a ve spodní řadě je vždy uspořádání trysky 1 a podkladového pásu 5 se sběrnou elektrodou 6 pohledem ve směru MD s naznačením myšlených kuželů ohraničující předpokládanou oblast pohybu letícího vlákna 4.

Na obrázku 2C je schematicky znázorněna šterbinová zvlákňovací tryska 1, která tvoří zvlákňovací elektrodu a která je svým výstupním otvorem 10 přivrácená k podkladovému pásu 5 pro ukládání vytvořených vláken 4. Podélná osa výstupního otvoru 10 prochází v podstatě

rovnoběžně se směrem CD, který je kolmý na směr MD, tedy na směr pohybu podkladového pásu 5 v místě, v němž je k němu přivrácený výstupní otvor 10. Při hraně výstupního otvoru 10 je uspořádáno těleso 2 s možností vratného pohybu v podélném směru výstupního otvoru 10 od jeho jednoho konce ke druhému a zpět a – v tomto příkladném provedení – v konstantní vzdálenosti například 5 mm nad hranou výstupního otvoru 10.

Za provozu je zvlákňovaná kapalina 3 nuceně přiváděna do štěrbin tak, aby hladina zvlákňované kapaliny 3 byla přibližně v úrovni hrany výstupního otvoru 10 nebo těsně ním ní. Těleso 2 se tak pohybuje těsně nad hladinou. Přitom dochází k porušení vznikajících vláken 4 v těsné blízkosti hladiny, tedy v těsné blízkosti místa jejich vzniku erupcí zvlákňované kapaliny 3 směrem k protilehlé sběrné elektrodě 6. Tato situace odpovídá obr. 2B, zatímco obr. 2A znázorňuje situaci, kdy těleso 2 při svém pohybu zasahuje pod hladinu a svým pohybem rovněž narušuje pozice míst vzniku Taylorových kuželů, resp. přesouvá je.

Místo štěrbinové zvlákňovací trysky 1 je možné s výhodou použít zvlákňovací trysku 1 se soustavou výstupních otvorů 10 na výstupní ploše zvlákňovací trysky 1, přičemž tato výstupní plocha tvoří žlábek 9 pro případné rozlití zvlákňované kapaliny 3, jak je to schematicky znázorněno na obr. 3. Velikost výstupních otvorů 10 v takovéto zvlákňovací může být například 2 x 1 mm a jejich počet závisí na délce zvlákňovací trysky 1, resp. žlábků 9.

Vedení pohybu pohyblivého tělesa 2 lze realizovat například pomocí mechanismů poháněných pneumatickou silou s neelektrickými koncovými čidly (pneumatické, optické, apod.). Příkladem může být provedení znázorněné na obr. 4, kde je znázorněna dvojice navzájem rovnoběžně uspořádaných zvlákňovacích trysek 1, které jsou elektricky propojeny pomocí propojovacího vedení 14 se zdrojem vysokého nebo velmi vysokého napětí. Současně jsou zvlákňovací trysky 1 fluidně propojeny s přívodem 13 zvlákňované kapaliny 3. Dále je znázorněno podlouhlé pohyblivé těleso 2 pro destabilizaci pozic míst vzniku vláken 4 na povrchu zvlákňované kapaliny 3 při výstupních otvorech 10 zvlákňovací trysky 1. Toto pohyblivé těleso 2 jedním svým koncem zasahuje nad linii, v níž jsou uspořádány výstupní otvory 10 jedné zvlákňovací trysky 1 (resp. k němu přiléhá) a druhým koncem nad linii, v níž jsou uspořádány výstupní otvory 10 druhé zvlákňovací trysky 1.

V prostoru mezi zvlákňovacími tryskami 1 je uspořádán pneumatický pohon 12 pro pohyblivé těleso 2, přičemž je tento pneumatický pohon 12 uzpůsoben pro vedení pohybu pohyblivého tělesa 2 ve směru rovnoběžném s podélnou osou zvlákňovacích trysek 1 (tj. podél soustavy zvlákňovacích otvorů 10) což s výhodou odpovídá směru CD. Pneumatický pohon 12 je napojen na přívod 7 tlakového vzduchu.

Znázorněné zařízení dále obsahuje dvojici optických čidel 16, která jsou propojená s neznázorněnou jednotkou pro řízení pneumatického pohonu 12 a která jsou uzpůsobena pro vysílání signálu o přiblížení pohyblivého tělesa 2 k jeho koncové poloze nebo o dosažení koncové polohy pohyblivého tělesa 2 za účelem změny směru jeho pohybu.

S výhodou je zvlákňovací tryska 1 nebo dvojice zvlákňovacích trysek 1 uspořádána tak, že kolmý průmět podélné osy výstupního otvoru 10 nebo hrany obsahující výstupní otvory 10 do roviny sběrné elektrody 6 a/nebo podkladového pásu 5 je kolmý na směr MD, tedy odpovídá směru CD, je ale také možné uspořádat zvlákňovací trysku tak, že uvedený úhel svíraný se směrem MD není kolmý, ale ostrý.

S výhodou jsou v zařízení použity dvě nebo více zvlákňovacích trysek 1 se vzájemným rozestupem ve směru MD.

Příklad 1

V příkladném provedení byl zvlákňován roztok 12% polyvinylalkoholu (PVA). Roztok byl dávkován rychlostí 2,4 ml/min do dvou bezjehlových zvlákňovacích trysek 1 tvořících zvlákňovací elektrody a umístěných delší stranou ve směru CD (tj. podélný směr výstupního otvoru / výstupní hrany byl rovnoběžný se směrem CD). Délka výstupního otvoru 10 každé ze zvlákňovacích trysek 1 byla 600 mm a byly od sebe vzdáleny 400 mm (měřeno ve směru MD). Na zvlákňovací trysky 1 byl přiveden elektrický potenciál +45 kV. Zvlákňování probíhalo v klimatizované komoře s relativní vlhkostí $(20 \pm 5) \%RH$ a teplotě $(23 \pm 2) ^\circ C$. Vlákná 4 byla nanášena na povrch podkladového pásu 5 z úpletu 100 % polyesteru na vzdálenost 18 cm od zvlákňovacích trysek 1. Tento podkladový pás 5 byl připevněn k fólii se sníženou elektrickou vodivostí, která tvořila sběrnou elektrodu 6. K této fólii byl přiveden elektrický potenciál -30 kV. Oba tyto materiály byly odvíjeny rychlostí (25 ± 5) cm/min ve směru MD v podobě tzv. nekonečného pásu o celkové délce 120 cm. Depozice probíhala po dobu 20 min. Obraz výsledné vrstvy získaný fotografií v protisvětle je na obrázku 5.

Příklad 2

V příkladném provedení byl zvlákňován roztok 12% polyvinylalkoholu (PVA). Roztok byl dávkován rychlostí 2,4 ml/min do dvou bezjehlových zvlákňovacích trysek 1 tvořících zvlákňovací elektrody a umístěných delší stranou ve směru CD. Délka výstupního otvoru 10 každé ze zvlákňovacích trysek 1 byla 600 mm a byly od sebe vzdáleny o 400 mm (měřeno ve směru MD). Na zvlákňovací trysky 1 byl přiveden elektrický potenciál +45 kV. Zvlákňování probíhalo v klimatizované komoře s relativní vlhkostí $(20 \pm 5) \%RH$ a teplotě $(23 \pm 2) ^\circ C$. Vlákná 4 byla nanášena na povrch podkladového pásu 5 z úpletu 100 % polyesteru na vzdálenost 18 cm od zvlákňovacích trysek 1. Tento podkladový pás 5 byl připevněn k fólii se sníženou elektrickou vodivostí, která tvořila sběrnou elektrodu 6. K této fólii byl přiveden elektrický potenciál -30 kV. Oba tyto materiály se odvíjely rychlostí (100 ± 5) cm/min ve směru MD v podobě tzv. nekonečného pásu o celkové délce 120 cm. Depozice probíhala po dobu 20 min. Obraz výsledné vrstvy získaný fotografií v protisvětle je na obrázku 6.

Příklad 3

V příkladném provedení byl zvlákňován roztok 12% polyvinylalkoholu (PVA). Roztok byl dávkován rychlostí 2,4 ml/min do dvou bezjehlových zvlákňovacích trysek 1 tvořících zvlákňovací elektrody a umístěných delší stranou ve směru CD. Délka výstupního otvoru 10 každé ze zvlákňovacích trysek 1 byla 600 mm a byly od sebe vzdáleny o 400 mm (měřeno ve směru MD). Nad horní hranou každé ze zvlákňovacích trysek 1 se ve vzdálenosti (10 ± 5) mm pohybovalo těleso 2 z elektricky nevodivého materiálu rychlostí (15 ± 5) cm/s, a to nepřetržitě ve směru CD v celé délce výstupního otvoru 10 zvlákňovací trysky 1 a během celého procesu. Na zvlákňovací trysky 1 byl přiveden elektrický potenciál +45 kV. Zvlákňování probíhalo v klimatizované komoře s relativní vlhkostí $(20 \pm 5) \%RH$ a teplotě $(23 \pm 2) ^\circ C$. Vlákná 4 byla nanášena na povrch podkladového pásu z úpletu 100 % polyesteru na vzdálenost 18 cm od zvlákňovacích trysek 1. Tento podkladový pás 5 byl připevněn k fólii se sníženou elektrickou vodivostí, která tvořila sběrnou elektrodu 6. K této fólii byl přiveden elektrický potenciál -30 kV. Oba tyto materiály byly odvíjeny rychlostí (25 ± 5) cm/min ve směru MD v podobě tzv. nekonečného pásu o celkové délce 120 cm. Depozice probíhala po dobu 20 min. Obraz výsledné vrstvy získaný fotografií v protisvětle je na Obrázku 7.

Příklad 4

V příkladném provedení byl zvlákňován roztok 12% polyvinylalkoholu (PVA). Roztok byl dávkován rychlostí 2,4 ml/min do dvou bezjehlových zvlákňovacích trysek 1 tvořících zvlákňovací elektrody a umístěných delší stranou ve směru CD. Délka výstupního otvoru 10

každé ze zvlákňovacích trysek 1 byla 600 mm a byly od sebe vzdáleny o 400 mm (měřeno ve směru MD). Nad horní hranou obou zvlákňovacích trysek 1 ve vzdálenosti (10 ± 5) mm se pohybovalo těleso 2 z elektricky nevodivého materiálu rychlostí (15 ± 5) cm/s, a to nepřetržitě ve směru CD v celé délce výstupního otvoru 10 zvlákňovací trysky 1 a během celého procesu. Na zvlákňovací trysky 1 byl přiveden elektrický potenciál +45 kV. Zvlákňování probíhalo v klimatizované komoře s relativní vlhkostí (20 ± 5) %RH a teplotě (23 ± 2) °C. Vlákna 4 byla nanášena na povrch podkladového pásu 5 z úpletu 100 % polyesteru na vzdálenost 18 cm od zvlákňovacích trysek 1. Tento podkladový pás 5 byl připevněn k fólii se sníženou elektrickou vodivostí, která tvořila sběrnou elektrodu 6. K této fólii byl přiveden elektrický potenciál -30 kV. Oba tyto materiály byly odvíjeny rychlostí (100 ± 5) cm/min ve směru MD v podobě tzv. nekonečného pásu o celkové délce 120 cm. Depozice probíhala po dobu 20 min. Obraz výsledné vrstvy získaný fotografií v protisvětle je na Obrázku 8.

Příklad 5

V příkladném provedení byl zvlákňován vodný roztok 8 % polyethylenoxidu (PEO). Roztok byl dávkován rychlostí 3,0 ml/min do dvou bezjehlových zvlákňovacích trysek 1 tvořících zvlákňovací elektrody a umístěných delší stranou ve směru CD. Délka výstupního otvoru 10 každé ze zvlákňovacích trysek 1 byla 600 mm a byly od sebe vzdáleny o 400 mm (měřeno ve směru MD). Nad horní hranou obou zvlákňovacích trysek 1 ve vzdálenosti (10 ± 5) mm se pohybovalo těleso 2 z elektricky nevodivého materiálu rychlostí (15 ± 5) cm/s, a to nepřetržitě ve směru CD v celé délce výstupního otvoru 10 zvlákňovací trysky 1 a během celého procesu. Na zvlákňovací trysky 1 bylo přiveden elektrický potenciál +45 kV. Zvlákňování probíhalo v klimatizované komoře s relativní vlhkostí (20 ± 5) %RH a teplotě (23 ± 2) °C. Vlákna 4 byla nanášena na povrch podkladového pásu 5 z úpletu 100 % polyesteru na vzdálenost 18 cm od zvlákňovacích trysek 1. Tento podkladový pás 5 byl připevněn k fólii se sníženou elektrickou vodivostí, která tvořila sběrnou elektrodu 6. K této fólii byl přiveden elektrický potenciál -30 kV. Oba tyto materiály byly odvíjeny rychlostí (200 ± 5) cm/min ve směru MD v podobě tzv. nekonečného pásu o celkové délce 120 cm. Depozice probíhala po dobu 20 min. Obraz výsledné vrstvy získaný fotografií v protisvětle je na Obrázku 9.

Příklad 6

V příkladném provedení byl zvlákňován vodný roztok 6 % směsi kyseliny hyaluronové a polyethylenoxidu (PEO) v poměru 4:1. Roztok byl dávkován rychlostí 2,5 ml/min do dvou bezjehlových zvlákňovacích trysek 1 tvořících zvlákňovací elektrody a umístěných delší stranou ve směru CD. Délka výstupního otvoru 10 každé ze zvlákňovacích trysek 1 byla 600 mm a byly od sebe vzdáleny o 400 mm (měřeno ve směru MD). Nad horní hranou obou zvlákňovacích trysek 1 ve vzdálenosti (10 ± 5) mm se pohybovalo těleso 2 z elektricky nevodivého materiálu rychlostí (15 ± 5) cm/s, a to nepřetržitě ve směru CD v celé délce výstupního otvoru 10 zvlákňovací trysky 1 a během celého procesu. Na zvlákňovací trysky 1 byl přiveden elektrický potenciál +45 kV. Zvlákňování probíhalo v klimatizované komoře s relativní vlhkostí (20 ± 5) %RH a teplotě (23 ± 2) °C. Vlákna 4 byla nanášena na povrch podkladového pásu 5 z úpletu 100 % polyesteru na vzdálenost 18 cm od zvlákňovacích trysek 1. Tento podkladový pás 5 byl připevněn k fólii se sníženou elektrickou vodivostí, která tvořila sběrnou elektrodu 6. K této fólii byl přiveden elektrický potenciál -30 kV. Oba tyto materiály byly odvíjeny rychlostí (200 ± 5) cm/min ve směru MD v podobě tzv. nekonečného pásu o celkové délce 120 cm. Depozice probíhala po dobu 20 min. Obraz výsledné vrstvy získaný fotografií v protisvětle je na Obrázku 10.

Výsledky analýz připravených vrstev z příkladných provedení 1 až 6 jsou shrnuty v tabulce 1.

Tabulka 1

Příkladné provedení	Použití tělesa 2	Rychlost podkladového pásu 5 (cm/min)	Směrodatná odchylka intenzity pixelů
1	Ne	25	12.5
2	Ne	100	10.0
3	Ano	25	11.8
4	Ano	100	6.6
5	Ano	200	2.6
6	Ano	200	3.2

5

Průmyslová využitelnost

10 Využitelnost vynálezu je v oblastech výroby nano a/nebo mikrostrukturovaných, resp. nano a/nebo mikrovlákných vrstev metodou elektrostatického zvlákňování ve formě samonosných vrstev nebo vrstev nanesených na podkladovém materiálu.

PATENTOVÉ NÁROKY

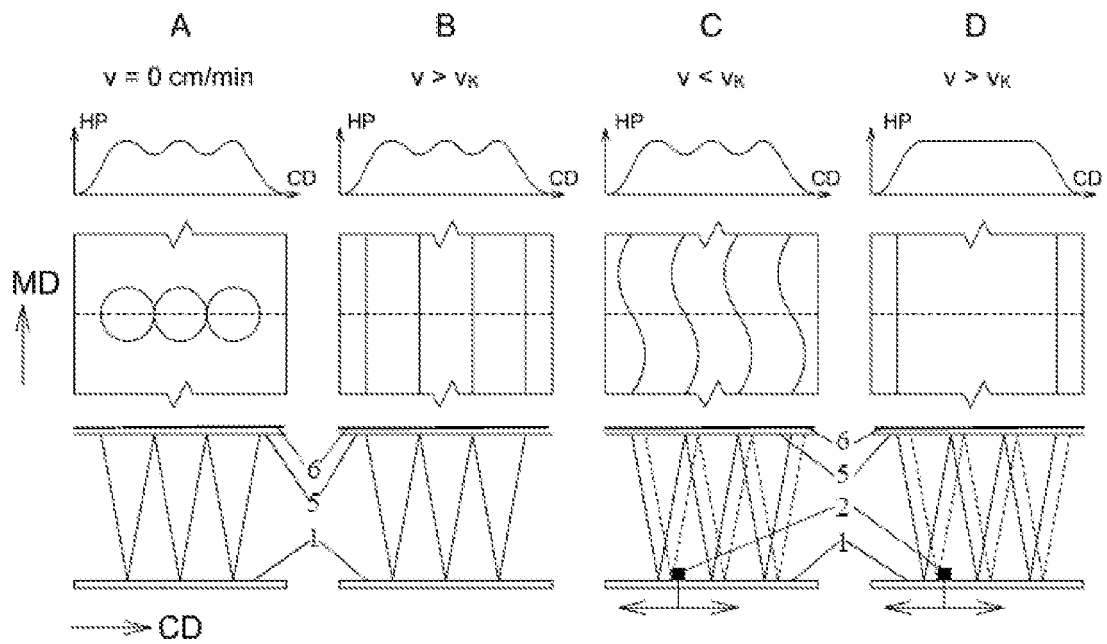
15

1. Zařízení pro výrobu nano- a/nebo mikrovlákných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností zvlákňováním kapaliny (3), které obsahuje:
- sběrnou elektrodu (6),
 - 20 - zvlákňovací trysku (1) pro výdej kapaliny (3) ke zvlákňování, přičemž zvlákňovací tryška (1) obsahuje alespoň jeden výstupní otvor (10), kterým je zvlákňovací tryška (1) přivrácená ke sběrné elektrodě (6),
 - sestavu pro vedení sběrné elektrody (6) a/nebo pro vedení podkladového pásu (5) podél sběrné elektrody (6) nebo přilehle k ní tak, že v oblasti, ke které je přivrácen výstupní otvor (10)
 - 25 - zvlákňovací trysky (1) se sběrná elektroda (6) a/nebo podkladový pás (5) pohybuje ve směru (MD) s odstupem od výstupního otvoru (10) zvlákňovací trysky (1),
 - přívod pro vytváření napětí o velikosti 10 až 150 kV mezi sběrnou elektrodou (6) a zvlákňovací tryskou (1),
- vyznačující se tím, že dále obsahuje**
- 30 - alespoň jedno těleso (2) pro destabilizaci pozic míst vzniku vláken (4) na povrchu kapaliny (3) při výstupním otvoru (10) zvlákňovací trysky (1) a
 - sestavu pro opakované vedení tělesa (2) podél výstupního otvoru (10) nebo výstupních otvorů (10) zvlákňovací trysky (1).

2. Zařízení podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že sběrná elektroda (6) je ve formě fólie s povrchovou rezistivitou v rozmezí 0,1 do 100 000 ohmů/čtverec, zejména 10 až 1000 ohmů/čtverec.
- 5 3. Zařízení podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že sestava pro opakované vedení tělesa (2) podél výstupního otvoru (10) nebo výstupních otvorů (10) zvlákňovací trysky (1) obsahuje pohon a vodící prvek pro vedení dráhy pohybu tělesa (2) rovnoběžně s tou hranou zvlákňovací trysky (1), která obsahuje výstupní otvor (10) nebo výstupní otvory (10), a to ve vzdálenosti 0 až 50 mm, lépe 0 až 15 mm, nejlépe 0 až 5 mm od této hrany zvlákňovací trysky (1).
- 10 4. Zařízení podle kteréhokoli z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že sestava pro vedení podkladového pásu (5) a/nebo sběrné elektrody (6) obsahuje pohon, který je uzpůsobený pro vedení podkladového pásu (5) a/nebo sběrné elektrody (6) alespoň v oblasti, ke které je svým výstupním otvorem (10) nebo výstupními otvory (10) přivrácená zvlákňovací tryska (1), rychlostí alespoň 18 m/hod., lépe alespoň 50 m/hod., zejména alespoň 60 m/hod.
- 15 5. Zařízení podle kteréhokoli z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že sestava pro opakované vedení tělesa (2) podél výstupního otvoru (10) nebo výstupních otvorů (10) zvlákňovací trysky (1) obsahuje pneumatický pohon (12) tělesa (2) a/nebo obsahuje alespoň jedno čidlo (16) pro snímání polohy tělesa (2) v alespoň jedné oblasti jeho pohybu.
- 20 6. Způsob výroby nano a/nebo mikrovláknenných vrstev se zvýšenou tloušťkovou rovnoměrností zvlákňováním kapaliny (3), který obsahuje kroky:
 - připraví se sběrná elektroda (6) a zvlákňovací tryska (1), která obsahuje alespoň jeden výstupní
 25 otvor (10), který je přivrácený ke sběrné elektrodě (6), a sestava pro vedení sběrné elektrody (6) a/nebo pro vedení podkladového pásu (5) podél sběrné elektrody (6) nebo přilehle k ní,
 - do zvlákňovací trysky (1) se přivede kapalina (3) ke zvlákňování,
 - mezi zvlákňovací tryskou (1) a sběrnou elektrodou (6) se vytvoří napětí o velikosti 10 až 150 kV pro vytváření nano- a/nebo mikrovláken (4), přičemž se sběrná elektroda (6) a/nebo
 30 podkladový pás (5) vede ve směru (MD) s odstupem od výstupního otvoru (10) zvlákňovací trysky (1),
vyznačující se tím, že
 - pro opakované změny pozic míst vzniku vláken (4) na povrchu kapaliny (3) přiváděné do výstupního otvoru (10) nebo výstupních otvorů (10) zvlákňovací trysky (1) se podél výstupního
 35 otvoru (10) nebo výstupních otvorů (10) podél povrchu kapaliny (3) opakovaně vede těleso (2).
7. Způsob podle nároku 6, **vyznačující se tím**, že těleso (2) se vede podél výstupního otvoru (10) alespoň 1x za 10 sekund, lépe alespoň 1x za 5 sekund.
- 40 8. Způsob podle nároku 6 nebo 7, **vyznačující se tím**, že podkladový pás (5) se vede mezi sběrnou elektrodou a výstupním otvorem (10) trysky (1) rychlostí alespoň 18 m/hod, lépe 50 m/hod., nejlépe alespoň 60 m/hod.
- 45 9. Způsob podle kteréhokoli z nároků 6 až 8, **vyznačující se tím**, že kapalina ke zvlákňování přiváděná do zvlákňovací trysky (1) je homogenní nebo heterogenní směs, která obsahuje zvlákňovaný polymer vybraný ze skupiny zahrnující kyselinu hyaluronovou, polyetylén oxid, polyetylén glykol, polyvinyl alkohol, polyvinylpyrrolidon, kolagen, želatina, chitin, chitosan, heparin, inulin, fibrin, fibrinogen, pullulan, lignin, škrob, agar, alginát, dextran, glykogen, beta-glukan, chondroitin sulfát, celulóza, polykaprolakton, polymery a kopolymery kyseliny mléčné a
 50 glykolové, polyuretan, polyakrylonitril, nylon, nebo jejich kombinaci.

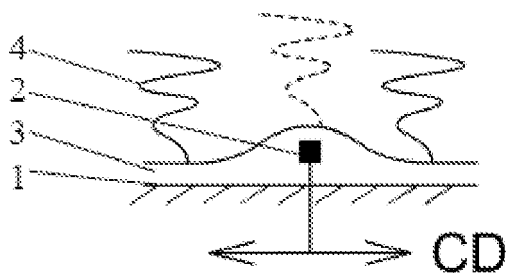
10. Způsob podle kteréhokoli z nároků 6 až 9, **vyznačující se tím**, že sběrná elektroda (6) a/nebo podkladový pás (5) tvoří nekonečný pás.

3 výkresy

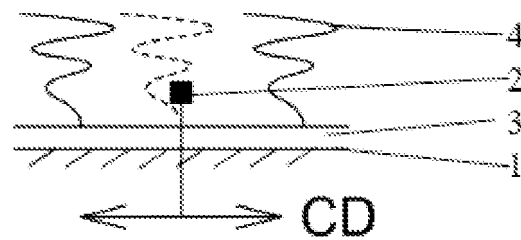


Obr. 1

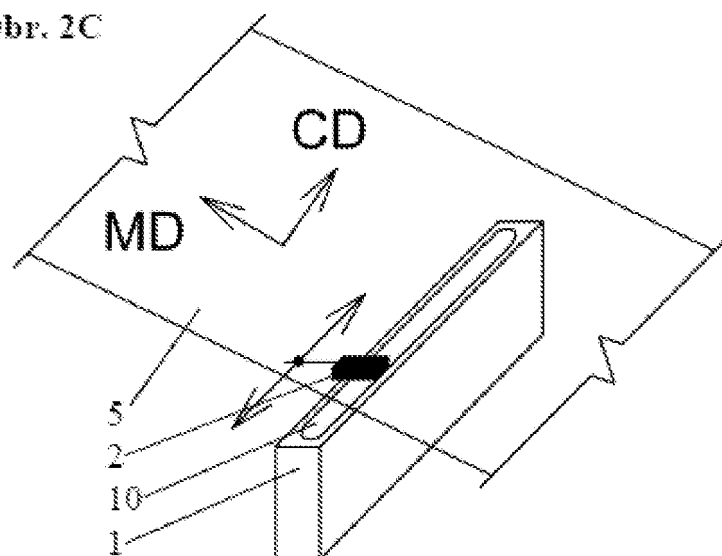
Obr. 2A



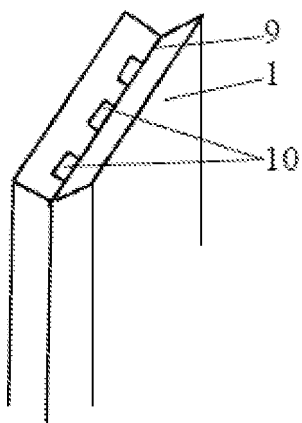
Obr. 2B



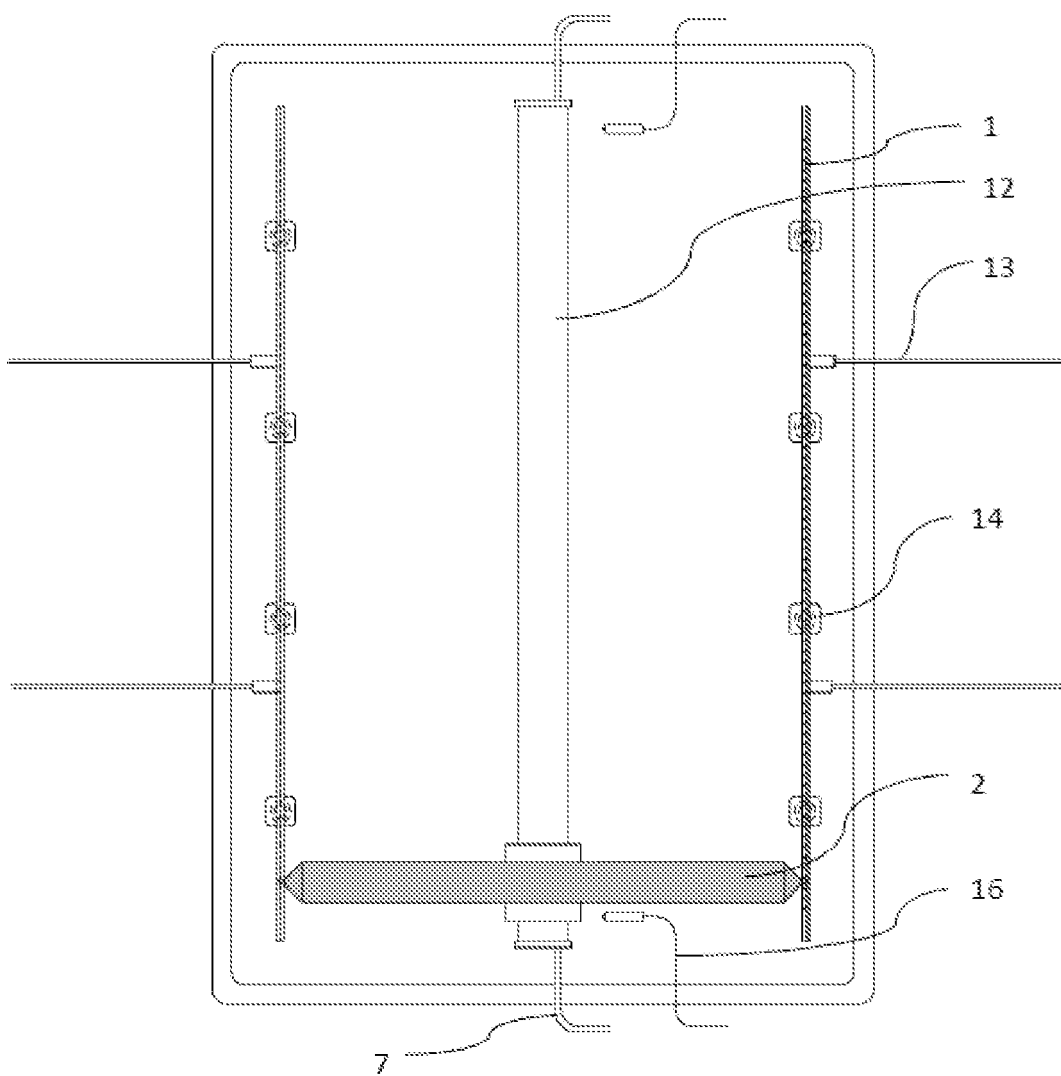
Obr. 2C



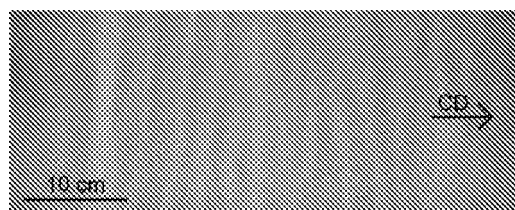
Obr. 2A – 2C



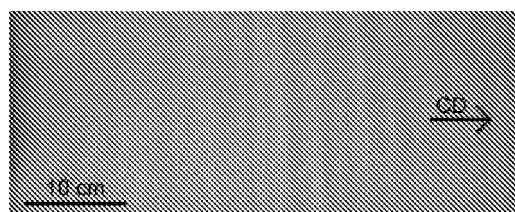
Obr. 3



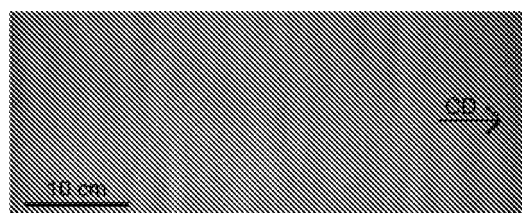
Obr. 4



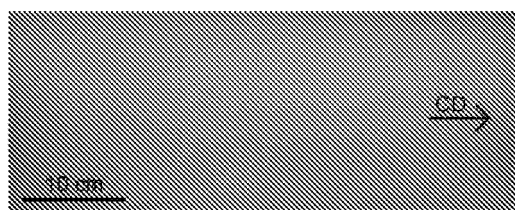
Obr. 5



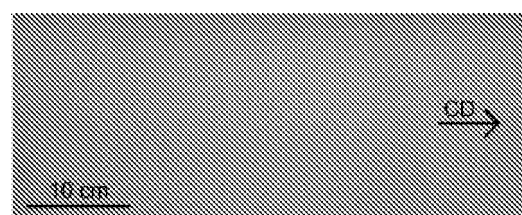
Obr. 6



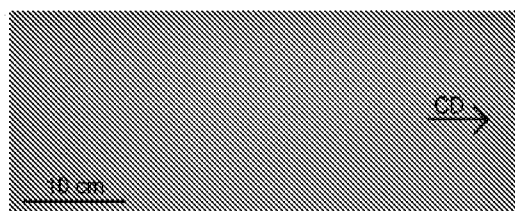
Obr. 7



Obr. 8



Obr. 9



Obr. 10